

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Delegatura de Propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

18
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
INVENTARIO

PCT

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

09-52923

21. EXPEDIENTE No.

54. TÍTULO Método para la producción de cobalto metálico a partir de refinado de níquel por extracción con solvente.

51. CLASIFICACIÓN "

VAL

71. SOLICITANTE

DOMICILIO

74. APODERADO

22. BOGOTÁ, D. C.,

22 de mayo de 2009

1032/

2020 99
108/
(FORMA P-10)



No. 09-052923- -00000-0000

Fecha: 2009-05-22 13:25:09 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

①

SOLICITUD DE:

☒ Patente de Invención

☐ Patente de Modelo de Utilidad

☒ Capítulo I

☐ Capítulo II

②

SOLICITANTE
(71)

Nombre: COMPANHIA VALE DO RIO DOCE

Dirección: 262 - KM 296, Distrito de Santa Luzia - Minas Gerais, 33030-970

Nacionalidad o Domicilio: Distrito Santa Luzia - Minas Gerais, Brasil

Lugar de Constitución:

Teléfono:

Fax:

e-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☐

NIT

☐

C.E.

☐

OTRO

☐

Cual

Número

③

REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: JESUS M. MENDEZ BERMUDEZ

Dirección: Calle 83 A No. 23 - 90

Teléfono: 623 58 28 **Fax:** 617 06 14

e-mail: jesusmendez@wolfmendez.com

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☒

NIT

☐

C.E.

☐

OTRO

☐

Cual

Número 13.491.525

T.P. 99.678

④

INVENTOR (ES)
(72)

Nombre: VANESSA DE MACEDO TORRES; MARCELO AUGUSTO CASTRO LOPES DACOSTA, OMAR ANTUNES DO CARMO, SALOMAÔ SOLINO EVELIN.

Dirección:

Nacionalidad o Domicilio Brasileña

⑤

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/BR2007/000280

Fecha 19 de Octubre de 2007

Publicación Internacional No. WO/2008/049177

Fecha 02 de Mayo de 2008

⑥

Título (54)

METODO PARA LA PRODUCCION DE COBALTO METÁLICO A PARTIR DE REFINADO DE NIQUEL POR EXTRACCION CON SOLVENTE

⑦

Clasificación Internacional (51)

C 22 B 23/00

⑧

Prioridad

SI

☒

NO

☐

(33) País de Origen

Brasil

(34) Fecha

27 de Octubre de 2006

(31) Número de Solicitud

PI 0604853-6

⑨

Comprobante de pago No. 09-37.247

Fecha 20 de Mayo de 2009

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de reivindicación de prioridad.
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Copia certificada de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☒ Descripción de la invención.
- ☒ Una o más reivindicaciones.
- ☒ Dibujos y/o planos necesarios.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de la comunidad de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☒ Arte final 12x12 y 6x6 cm.
- ☒ Resumen y extracto para publicación.

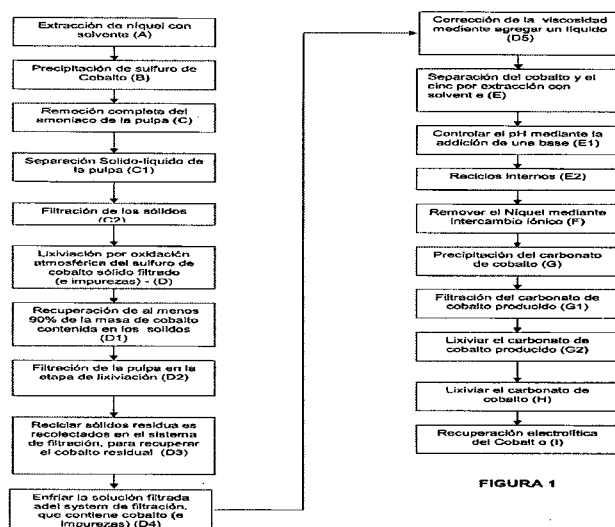


FIGURA 1

NOMBRE: JESUS M. MENDEZ BERMUDEZ

FIRMA:

C.C. 13.491.525

TP 99.678

(21) N° de solicitud:		(51) Int Cl:	
22) Fecha de solicitud: 22 de mayo de 2009		(71) Solicitante(s) COMPANHIA VALE DO RIO DOCE	
(30) Prioridad Si	(31) No. Priodidad PI 0604853-6	(32) Fecha 27.10.2006	(33) País BR
		(72) Inventor(es) VANESSA MACEDO TORRES, MARCELO AUGUSTO CASTRO LOPES DA COSTA, OMAR ANTUNES DO CARMO, SALOMÃO SOLINO EVELIN	
		(74) Apoderado: JESUS M. MENDEZ BERMUDEZ	
(85) Fecha limite inicio fase nacional: 27/05/2009		(87) Publicación internacional:	
(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT		Fecha: 02/05/2008	
Fecha de presentación de la solicitud: 19/10/2007		N° publicación: WO/2008/049177	
No. de solicitud PCT/BR2007/000280			
(54) Titulo: METODO PARA LA PRODUCCION DE COBALTO METALICO A PARTIR DE REFINADO DE NIQUEL POR EXTRACCION CON SOLVENTE			

Resumen:

Un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, dicho método comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoniaco de la pulpa sulfurada (sólidos y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en el cátodo de cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor D2EPHA diluido en el solvente Escaid 110 o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto; (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrólisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente sobre placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

(21) N° de solicitud: (22) Fecha de solicitud: Mayo 22 de 2009

(51) Clasificación Internacional:

(71) Solicitante(s) **COMPANHIA VALE DO RIO DOCE**

(72) Inventor(es) **VANESSA MACEDO TORRES,
MARCELO AUGUSTO CASTRO LOPES DA COSTA, OMAR ANTUNES DO
CARMO, SALOMÃO SOLINO EVELIN**

(74) Apoderado: **JESUS M. MENDEZ BERMUDEZ**

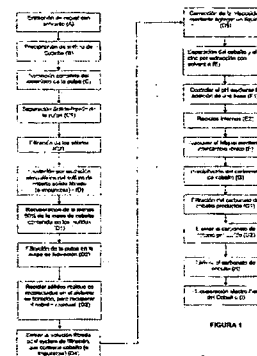
(30) Prioridad Si (31) No. Prioridad PI 0604853-6 (32) Fecha 27.10.2006 (33) País BR

(85) Fecha límite inicio fase nacional: 27/05/2009

(86) Datos relativos a la presentación de la solíc. PCT
Fecha de presentación de la solicitud: 19/10/2007
No. de solicitud: PCT/BR2007/000280

(87) Publicación internacional:

Fecha: 02/05/2008
No. Publicación: WO/2008/049177



(54) Título: **METODO PARA LA PRODUCCION DE COBALTO METALICO A PARTIR DE REFINADO DE NIQUEL POR EXTRACCION CON SOLVENTE**

(57) Resumen:

Un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, dicho método comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoníaco de la pulpa sulfurada (sólidos y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en el cátodo de cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor D2EPHA diluido en el solvente Escad 110 o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto; (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anólito de la electrolisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente sobre placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

PATENTE PCT

X

MODELO DE UTILIDAD

DISEÑO INDUSTRIAL

SOLICITANTES/S. RAZON SOCIAL O APELLIDOS Y NOMBRES

COMPANHIA VALE DO RIO DOCE

DOMICILIO

Santa Luzia - Minas Gerais - Brasil

APODERADO

JESUS M. MENDEZ BERMUDEZ

TITULO

METODO PARA LA PRODUCCION DE COBALTO METÁLICO A PARTIR DE REFINADO DE NIQUEL POR EXTRACCION CON SOLVENTE

CLASIFICACION

EXPEDIENTE No.

FECHA DE SOLICITUD

Mayo de 2009

ROLLO MICROFILM

CERTIFICADO No.

FECHA DE CONCESION

VIGENCIA DESDE

HASTA

PRORROGA

CAMBIO DE NOMBRE

TRASPASO A

INVENTOR (ES)

VANESSA MACEDO TORRES, MARCELO AUGUSTO CASTRO LOPES DA COSTA, OMAR ANTUNES DO CARMO

SALOMAO SOLINO EVELIN

OTROS

5

Texto original

MÉTODO PARA LA PRODUCCIÓN DE COBALTO METÁLICO A PARTIR DE REFINADO DE NIQUEL POR EXTRACCIÓN CON SOLVENTE

El presente informe se relaciona con un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, y más específicamente, a partir de refinado por extracción con solvente en refinerías en donde hidróxidos de níquel y cobalto mezclados son sometidos a lixiviado con amoníaco.

Como es bien conocido por aquellos versados en la técnica, se han desarrollado técnicas para la recuperación del cobalto por precipitación directa de carbonato de cobalto en una columna para la remoción total (desactivado) del amoníaco de la solución. Dichas técnicas, sin embargo, permanecen inviables técnica y económicamente.

Una de las desventajas anteriormente mencionadas es el hecho que, sin agregar reactivo al refinado antes de desactivar el amoníaco, solo una pequeña cantidad de cobalto se precipita en la solución, lo que hace que la técnica de recuperación sea de baja rentabilidad.

Una desventaja contraparte surge de incrementar el consumo de reactivo a dicho proceso de refinación, lo que consecuentemente incrementa la recuperación del cobalto

mediante dicha técnica. El alto consumo de reactivos hace que el proyecto sea económicamente inviable.

Por lo tanto, uno de los objetivos de la presente invención es suministrar un método para la producción de cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente de modo que se logre una eficiencia significativa en el recuperación de cobalto sin un incremento significativo en los costos.

Otro objetivo de la presente invención es suministrar un método para la producción de cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente que comprende una secuencia operacional que es viable tanto técnica como económicamente.

Como es conocido, de acuerdo con la técnica convencional, existen cuatro tipos de procesos o rutas para el tratamiento de mineral de níquel, en particular, producción de mata de níquel (pirometalúrgico), producción de ferroníquel (pirometalúrgico), reducción amoniacal por lixiviado (pirometalúrgico/hidrometalúrgico), y lixiviación ácida bajo presión (hidrometalúrgico).

Con respecto a las rutas mencionadas, la primera es aplicable a minerales que tiene níquel asociado con azufre, y en este proceso, se hace uso de la energía calorífica de los minerales presentes en la etapa de fundición.

Los otros tres procesos son usados en donde el metal de níquel está asociado con oxígeno (mineral oxidado o laterítico), la escogencia del proceso a utilizar depende de la composición del mineral que va a ser tratado.

El proceso de producción de ferroníquel es usado con minerales con alto grado de magnesio con una proporción Mg/Si tal que la ganga producida por el proceso tenga una fluidez suficiente para que fluya hacia fuera del horno eléctrico y no sea corrosiva de los materiales de revestimiento refractario del horno eléctrico. Típicamente, los minerales tratados mediante este proceso contienen grados menores de hierro que aquellos minerales tratados por los dos procesos anteriormente mencionados. Por otro lado, los grados de níquel son más altos.

En cuanto al proceso de lixiviado por reducción amoniacal, una combinación de técnicas pirometalúrgica e hidrometalúrgica se usa para separar el níquel y el cobalto del hierro contenido en los minerales normalmente tratados por este proceso. Sin embargo, por su alta selectividad en la etapa de lixiviación amoniacal, este proceso requiere un consumo mayor de energía mientras concurrentemente se logran recuperaciones menores de níquel y cobalto en comparación con la lixiviación ácida bajo presión.

En el proceso de lixiviación ácida bajo presión, como en el caso de lixiviación por reducción amoniacal, los minerales usados tienen contenidos bajos en níquel y contenidos altos en

hierro. En este proceso, prácticamente todos los minerales presentes se disuelven en solución ácida, y consecuentemente, las recuperaciones de níquel y cobalto son altas. También la selectividad respecto al hierro es alta, y ocurre predominantemente durante la etapa de lixiviación.

Por lo tanto, con respecto al proceso de lixiviación ácida bajo presión, se propuso una técnica para obtener el metal de cobalto lixiviado en su forma metálica. Después que el producto de lixiviación de la etapa de lixiviación ácida bajo presión ha sido tratado para remover las impurezas que han sido lixiviadas junto con el níquel y el cobalto, estos metales son precipitados desde la solución como hidróxidos, y este precipitado es lixiviado con amoníaco o carbonato de amonio; el níquel y el cobalto regresan a la forma líquida, formado complejos de níquel y cobalto con amoníaco en solución.

Este proceso tiene una alta selectividad con respecto al hierro, al manganeso y al magnesio. La separación de níquel y cobalto ocurre en una etapa de extracción por solvente, luego que el cobalto ha sido oxidado al estado trivalente (Co^{3+}) de modo que no sea coextraído con el níquel. En la etapa de extracción de la etapa de extracción por solvente, el níquel es extraído del licor inactivado de lixiviado amoniacal con un extractor orgánico, y subsiguientemente recuperado en la forma metálica por recuperación electrolítica, mientras el cobalto permanece en dicho licor (refinado).

El objetivo de la presente invención es recuperar el metal cobalto contenido en el licor amoniacal, es decir en el refinado de níquel por extracción con solvente, en su forma metálica.

Estos objetivos, lo mismo que otros objetivos y ventajas de la presente invención, se logran con un método para producir cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente, que comprende las siguientes etapas:

(a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoniaco de la pulpa sulfurada (sólido y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en la vecindad del cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor D₂EPHA diluido en el solvente Escaid 110 o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto; (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrólisis del cobalto;

(i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente en placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

La presente invención se describe de aquí en adelante con relación al dibujo adjunto, en el cual el único elemento representa un diagrama de bloques del método de producción de cobalto metálico desde el refinado de níquel por extracción con solvente.

De acuerdo con dicho dibujo, el refinado de la etapa (a) de extracción de níquel por solvente es utilizado para la producción de cobalto. Un agente de precipitación de sulfuro, preferiblemente hidrosulfuro de sodio (NaHS), es agregado a este refinado (b), usando una cantidad estequiométrica de base para el cobalto y el cinc contenidos en la solución y más preferiblemente un exceso de 1,5 veces la dosis estequiométrica para el cobalto y el cinc en la solución, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc. La temperatura de la precipitación debe mantenerse en rango entre 40°C a 55°C y más preferiblemente a 45°C. Después de la precipitación del sulfuro de cobalto (e impurezas), todo el amoníaco presente en la pulpa sulfurada (sólidos y líquidos) es removido (c), preferiblemente mediante inyección de vapor para incrementar la temperatura de la pulpa a preferiblemente entre 95°C y 110°C y más preferiblemente a 100°C. El equipo para remover el amoníaco puede ser una columna o cualquier

otro sistema diseñado para tal propósito. Después de remover el amoniaco, se lleva a cabo la separación de sólidos y líquidos de la pulpa (c1) en filtros o espesantes y más preferiblemente en espesantes. Entonces los sólidos son filtrados (c2).

Alternativamente a este método propuesto, los sólidos en la pulpa pueden ser filtrados en un sistema de filtración, sin remover el amoniaco por la técnica anteriormente descrita. En este caso, un agente de floculación es usado para ayudar a la decantación de los sólidos en un equipo adecuado para estos propósitos, tal como un espesante, un clarificador, u otro.

El uso de esta técnica, sin embargo, puede llevar a un consumo más alto de reactivo, y más específicamente un ácido, en la etapa subsiguiente del proceso. Por otro lado, cuando el amoniaco es removido de la pulpa que contiene los sólidos sulfurados por la técnica descrita antes, el comportamiento del filtrado del agente de filtrado se mejora.

Cuando el amoniaco es removido de la pulpa, alguna redisolución de cobalto puede ocurrir durante el proceso de remoción. En este caso, un agente de precipitación de sulfuro puede ser agregado al sistema de remoción de amoniaco usado, durante este proceso.

El sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d), la cual se lleva a cabo en un sistema apropiado del tipo que

comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión que puede ocurrir durante el proceso, o también, en un sistema que comprende el uso de agitadores hechos también de o recubiertos con material resistente a la corrosión. Así, el sólido es lixiviado con ácido sulfúrico a presión atmosférica con la temperatura mantenida entre 80°C y 90°C, y más preferiblemente a 85°C, durante tal tiempo para permitir la recuperación de un mínimo de 90% de masa de cobalto presente en los sólidos. (d1) Se agrega oxígeno al sistema durante el periodo de lixiviación a una velocidad de flujo entre 5 y 25 L/h, y más preferiblemente entre 10 y 20 L/h, y más preferiblemente 15 L/h. La fuente de oxígeno puede ser oxígeno industrial de cualquier pureza o aire. La pulpa de esta etapa de lixiviación es entonces filtrada (d2) en un sistema de filtración. Los sólidos residuales no lixiviados recolectados en el sistema de filtración pueden ser reciclados para la recuperación (d3) del cobalto residual, o pueden ser desechados o usados en alguna otra parte del proceso. El filtrado (es decir, la solución del sistema de filtración) que contiene cobalto (e impurezas) es enfriado (d4) en un intercambiador de calor u otro equipo usado para tal propósito, antes de la remoción del cinc de la solución. Debido al calentamiento de la pulpa, puede ocurrir evaporación de líquido durante el proceso de lixiviación, lo que puede llevar a un incremento en su viscosidad. En tal caso, la dispersión del oxígeno agregado a la pulpa puede ser amarrado, y como consecuencia puede haber una disminución en la recuperación de cobalto en este proceso.

Así, durante este proceso, la pulpa lixiviada es monitoreada en cuanto a sus características y, si es necesario, una corrección de su viscosidad es aplicada mediante agregar un liquido (d5), que puede ser agua, al sistema de lixiviación. De esta manera, la dispersión de oxígeno en la pulpa no se afectará.

La remoción del cinc de la solución se requiere, para reducir a un mínimo la concentración de cinc en los alrededores del cobalto, ya que en el producto final la concentración de este elemento en solución se estima que se incrementa 25 veces.

La separación del cinc y el cobalto contenidos en la solución, después de la lixiviación atmosférica y filtración, se lleva a cabo mediante extracción por solvente (e), usando el extractor D₂EPHA diluido en el solvente Escaid 110 u otro solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprende al número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas aplicadas.

En la etapa de extracción, el pH es controlado de modo que esté en el rango entre 1,4 y 1,8 y más preferiblemente en 1,6, mediante la adición de una base (e1), más preferiblemente hidróxido de sodio. El cinc es transferido desde la solución acuosa hasta el extractor. El proceso ocurre en un medio acuoso continuo con una proporción orgánico/acuoso entre 1,00 y 2,11 y más preferiblemente de

2,00. La continuidad acuosa (proporción orgánico/acuoso de aproximadamente 1,1) es lograda por medio de recicles internos (e2) dentro de cada una de las etapas de extracción empleadas.

La temperatura de este proceso debe mantenerse entre 40°C y 60°C y más preferiblemente 50°C, mediante cualquier sistema apropiado para tal propósito. Debería notarse que para una proporción orgánico/acuoso de 1,00, la concentración de cobalto en el orgánico será mínima.

Por otro lado, la contaminación de cinc en el refinado del proceso de extracción será máxima. En el otro extremo, tal condición es revertida: debido a la carga más baja de cinc en el orgánico, la pérdida de cobalto en el orgánico será mayor, y la contaminación de cinc en el refinado será mínima.

Si es necesario, el refinado (es decir, la solución libre de cinc) de la etapa de extracción es purificado de su contenido orgánico impregnado en cualquier sistema apropiado para tal propósito, tal como columnas de carbón.

Dependiendo de la concentración de níquel en la solución de cobalto, la purificación de níquel puede llevarse a cabo en un sistema apropiado para tal propósito, tal como, por ejemplo, columnas de intercambio iónico para la remoción del níquel (f) que contienen una resina capaz de llevar a cabo este proceso, y especialmente la resina Dowex M 4195. La concentración de níquel en solución no debe exceder 70 mg/L.

Después de los procesos de purificación descritos aquí arriba, la solución de cobalto será purificada con respecto a la mayoría de impurezas, pero puede contener una alta concentración de sodio, debido al ajuste del pH en la etapa de extracción del cinc por solvente (e), donde se usó hidróxido de sodio (NaOH) para dicho ajuste. Por otro lado, la concentración de cobalto en esta solución es todavía muy baja para una recuperación electrolítica efectiva.

Con el propósito de remover el sodio de la solución e incrementar la concentración de cobalto, se agregó carbonato de sodio a la solución para precipitar carbonato de cobalto (g). La temperatura de precipitación es mantenida entre 28°C y 45°C y más preferiblemente en 35°C. El carbonato de sodio se dosifica para elevar el pH de la solución entre 7,0 y 9,0, más preferiblemente a 8,0. La recuperación de la masa de cobalto de la solución es no menos del 90%.

El carbonato de cobalto producido por la técnica descrita anteriormente es filtrada entonces (g1) en un sistema de filtración apropiado, preferiblemente uno que incluya una etapa de lavado, para asegurar que cualquier ó todo exceso de carbonato de sodio sea lavado del sólido producido.

El carbonato de cobalto producido es lixiviado (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión que puede ocurrir durante el proceso, o también, en un sistema que comprende el uso de agitadores hechos también de o

recubiertos con material resistente a la corrosión. La lixiviación se lleva a cabo usando un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente el anolito de la electrólisis del cobalto. El producto resultante es el electrolito fuerte, concentrado en cobalto, cuya concentración de este elemento en solución es no menos de 40 g/L, preferiblemente entre 40 y 80 g/L, y más preferiblemente 70 g/L de cobalto, para la alimentación de la electrólisis.

Luego, el producto de la etapa de lixiviación del carbonato de cobalto es filtrado (h) en cualquier sistema de filtración apropiado. Los sólidos recuperados en el proceso de filtración se vuelven a convertir en pulpa con agua desmineralizada y son regresados al sistema de lixiviación del carbonato de cobalto.

Una etapa de recuperación electrolítica del cobalto (i) se lleva a cabo para recuperar el cobalto metálico de la solución.

La electrólisis se lleva a cabo en un sistema de recuperación electrolítica en el cual los electrodos son placas insolubles hechas de aleación de plomo, calcio y estaño. En las celdas, los ánodos están envueltos en bolsas de membrana para impedir la migración de iones de hidrógeno al cátodo. De esta manera, las soluciones del anolito y del catolito son procesadas por separado.

Donde el anolito es usado para la disolución del carbonato de calcio, el carbonato de calcio es filtrado en un sistema de filtrado apropiado y dirigido a la etapa de lixiviación del carbonato de calcio. Después de lixiviar, es pasado por un sistema intercambiador de calor para controlar su temperatura entre 55°C y 70°C y más preferiblemente a 65°C, y es regresado al tanque de alimentación del recuperador electrolítico, el cual puede ser un tanque cargado con cobalto (electrolito fuerte).

El catolito, que es procesado separadamente del anolito, es regresado al sistema de alimentación del recuperador electrolítico, en donde se mezcla con el electrolito fuerte del lixiviado ácido de carbonato de cobalto. Después del mezclado, la concentración de cobalto en el electrolito es no menos de 40 g/L. El electrolito es dosificado con base o ácido, más preferiblemente con soda cáustica o ácido sulfúrico, para ajustar el pH dentro del rango entre 3,6 a 2,7. Durante la operación, las características del producto formado son observadas, y el ajuste del pH se lleva a cabo de acuerdo a esto. En este sistema de alimentación del recuperador electrolítico, se puede agregar hidróxido de bario para remover cualquier plomo de la solución, que pueda haberse disuelto del ánodo y haya contaminado la solución.

El cobalto metálico es depositado en la forma de discos sobre placas insolubles hechas de acero inoxidable durante el tiempo requerido para producir los cátodos, más preferiblemente durante 5 días. La placa de acero inoxidable

sobre la cual se deposita el cobalto puede, o no, tener un molde hecho del material especificado, tal como una resina, resistente al ácido, para dar la forma de discos a los cátodos de cobalto (j).

Ejemplo de la invención

El siguiente ejemplo ilustra la utilidad del proceso en cuestión. El refinado de níquel por extracción con solvente tiene la siguiente composición (mg/L):

Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)
6	1731	0	24	0	1	736	8	1902	0	4454

Después de agregar NaHS (1,5 veces la dosificación estequiométrica), ocurre la precipitación de sulfuro de cobalto, y el licor presenta la siguiente composición (mg/l):

Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)
0	13	0	31	0	0	1	12	1580	0	5002

La eficiencia de la precipitación fue la siguiente:

Eficiencia de la	Co	Zn	Ni
Precipitación (%)	98.9	99.9	93.2

El precipitado producido fue sometido a una etapa de remoción (desactivación) de todo el amoniaco presente.

La composición química del precipitado producido fue:

Precipitado	Co	Ni	Mn	Fe	Zn	S(total)
(%)	28,00	0,04	0,01	0,01	12,36	33,18

La pulpa que contiene el precipitado de cobalto es filtrada. El sulfuro de cobalto fue sometido a un periodo de doce horas de lixiviación oxidante atmosférica, después de lo cual las siguientes eficiencias de extracción (lixiviación) fueron obtenidas:

Disolución	Co	Ni	Mg	Mn	Zn
(%)	99.996	99.998	99.992	99.984	99.999

El ensayo de la refinación de cobalto, descrita adelante, incluye la precipitación del cobalto, relixiviación ácida, extracción del cinc por solvente, intercambio iónico del níquel, y recuperación electrolítica del cobalto (electrólisis).

La alimentación al circuito de cobalto es una solución acuosa que contiene cobalto, llamada refinado de níquel. Dicha solución es un producto intermedio desde la parte aguas abajo del proceso.

Precipitación de sulfuro de cobalto

La precipitación se llevó a cabo en tanques de 250 L que fueron alimentados con refinado de níquel con la composición dada en la tabla 1, y con 1,5 veces la cantidad estequiométrica de NaHS para Zn y Co. La operación se llevó a cabo a 50°C durante 30 minutos, y el producto final obtenido fue un precipitado mezclado de sulfuros de cobalto y cinc. Dicho tiempo de residencia establecido para los tanques es suficiente para la precipitación del 99,7% del cobalto, 99,4% del cinc, y 99,9% de níquel. Dichos valores pueden ser confirmados al analizar la composición del licor de descarga de precipitación, mostrada en la tabla 2:

Tabla 1:

Tabla 1: Composición del refinado de níquel:

Tanda No. 10	Concentración, mg/L											Volumen del licor (L)
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)	
	6	1758	0	26	0	2	734	10	34	0	4896	

Tabla 2:

Tabla 2: Composición de la precipitación del licor de descarga (CoS):

Tanda No. 10	Concentración, Mg/L											% Sólidos p/p	0.6
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)		
	0	4	0	27	0	0	4	13	1679	0	6694	Volumen del licor (L)	256

El precipitado fue entonces alimentado a una contra corriente de columna para flujo de vapor, para la remoción completa del

amoniaco libre antes de las etapas de decantación y filtración, la temperatura del vapor de alimentación era de 100°C. Durante esta operación, aproximadamente 2,3% de disolución de cobalto ocurrió, y las cantidades de amoniaco en la descarga fueron de menos de 0,5 ppm. Los valores de alimentación, descarga, y porcentaje de disolución de metales durante la separación de vapor se dan en la tabla 3. Los productos de las pastas del precipitado de NaHS y el separado NaHS/NH3 fueron bombeadas a los decantadores y mantenidas a aproximadamente 50°C. Después de la floculación, la cual se llevó a cabo con la adición de 350 g/t de Magnafloc 919, los sólidos fueron filtrados, lavados con agua desmineralizada, y mantenidos alimentados al lixiviado de sulfuro de cobalto.

Tabla 3:

Tabla 3: Disolución de metales durante la separación de vapor completa del producto precipitado de NaHS:

Actual	Ni mg/L	Co mg/L	Fe mg/L	Mg mg/L	Mn mg/L	Cu mg/L	Zn mg/L	Ca mg/L	NH ₃ mg/L
Alimentación promedio	0,4	7,5	0,6	25	0,1	0 1	1,0	12	10,1
Descarga promedio	0,7	44	1,2	51	0,5	0,2	0,7	15	0,3
% de disolución	11,2	2,3	54,2	97,1	53,4	25,3	-0,1	53,0	-

Lixiviación de sulfuro de cobalto

La lixiviación oxidante se llevó a cabo en una vasiija de polipropileno de 60 L, con inyección directa de vapor para

impedir la corrosión. La temperatura se mantuvo en 85°C por medio de una camisa de agua calentada.

Las condiciones óptimas de lixiviación para 36 L de volumen de pulpa a 85°C fueron las siguientes: velocidad de oxígeno 10 L/min, porcentaje de sólidos en la pulpa de sulfuro de cobalto 10% (p/p), adición de 303 kg/t de ácido sulfúrico al 98%, pH controlado a 1,5 y tiempo de residencia 20 horas.

La velocidad de lixiviación para el precipitado de sulfuro de cobalto fue baja, requiriendo por lo menos 12 horas para lograr el 99% de disolución del cobalto. En contraste, la disolución del cinc fue más rápida (3 o 4 horas).

El producto lixiviado fue filtrado, luego el ponqué fue sometido a relixiviación con ácido sulfúrico para una mayor recuperación del cobalto. La relación entre la composición de la alimentación de CoS y aquella del residuo de lixiviación se da en la tabla 4.

Tabla 4:

Tabla 4: Composiciones de la alimentación y del residuo a partir de la lixiviación del sulfuro de cobalto:

Alimentación para la lixiviación de CoS No.3	28	0,04	0,01	0,01	12,36	33,18
Residuo de la lixiviación No. 3	1,31	0,00	0,000	0,00	0,03	89,80

Las extracciones de Zn y Co son mayores a 99%.

Tabla 5:

Tabla 5: Composición del licor de lixiviación:

Composición del licor de lixiviación	
Elemento	g/L
Co	26,71
Zn	12,25
Fe	0,014
Cr	0,004

La solución que contiene cobalto fue tratada en una etapa de extracción con solvente para separar el cobalto del cinc.

El circuito de extracción con solvente comprende 4 etapas de extracción, 2 etapas de lavado, y 3 etapas de reextracción (desactivado). La temperatura en las 4 etapas de extracción fue mantenida en 50°C.

Extracción de cinc con solvente

El circuito de extracción de cinc con solvente se llevó a cabo en 4 etapas de extracción, las alimentaciones en estas etapas eran la solución del lixiviado por oxidación del sulfuro de cobalto y el componente orgánico. La temperatura fue mantenida en 50°C, y la proporción orgánico/acuoso en el circuito de separación se mantuvo aproximadamente en 2:1 de modo que se minimiza la contaminación por cinc en el refinado de extracción. El extractor orgánico utilizado fue D₂EHPA,

diluido al 30% v/v usando Esquiad 110. Las condiciones y niveles de la extracción de Zn y Co se dan en la tabla 6, para las condiciones del proceso según se definieron para esta etapa.

Tabla 6: Perfiles de extracción de Zn y Co

Perfil de extracción	Avance Orgánico/acuoso	PLS pH	extracción E1 pH	extracción E2 pH	extracción E3 pH	extracción E4 pH	extracción E1 Zn %	extracción E2 Zn %	extracción E3 Zn %	extracción E4 Zn %	extracción E1 Co %	extracción E2 Co %	extracción E3 Co %	extracción E4 Co %
Perfil 1	2,05	2,18	1,42	1,60	1,60	1,62	94,45	5,30	0,24	0,00	-0,90	-0,42	0,69	1,23
Perfil 2	2,11	2,21	1,60	1,66	1,64	1,65	94,81	5,03	0,15	0,00	-0,95	0,20	0,08	1,34

Las composiciones promedio de cinc en la fase acuosa y de cobalto en la fase orgánica junto con las etapas de extracción se muestran en la tabla 7 y 8 respectivamente.

Tabla 7:

Tabla 7: Composición promedio de refinado de cinc, mg/L

Extraction de cinc: composición de la fase acuosa (mg/L)	Perfil 1	Perfil 2
PLS	12500	12700
E1	694	659
E2	32	20
E3	1.0	1.5
E4 (refinado)	1.5	1.0

Tabla 8:

Tabla 8: Concentración promedio de cobalto en la fase orgánica, mg/L

Cobalt extraction: organic Composición de la fase (mg/L)	Profile 1	Profile 2
Desecho Orgánico	1	1
E4	166	179
E3	258	190
E2	202	216
Carga Orgánica	82	90

Lavado

La carga orgánica se pasó por dos etapas de lavado, con el pH mantenido en 1,4 y 1,3 respectivamente, y con adición de ácido de modo que se impide que el cobalto avance en la etapa de desactivación del cinc y también para recuperar el cobalto, el cual puede ser recirculado en la etapa de lixiviación del sulfuro de cobalto. Las composiciones de las fases acuosa y orgánica en las dos etapas, en mg/L, se muestran en la tabla 9.

Tabla 9:

Tabla 9: Composiciones acuosa y orgánica del depurado en mg/L

Composición, mg/L										
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	PH
Stage 1 Depuración del producto	19	2174	1	11	6	2	565	15	4127	1,44
Stage 2 Depuración del producto	56	3614	1	17	38	1	2281	62	4208	1,57
Stage 1 Depuración Orgánica	1	24	210	4	1	0	5640	21	10	-
Stage 2 Depuración Orgánica	1	8	213	4	2	0	13339	21	10	-

Desactivación del cinc

El circuito para remover el cinc contenido en la fase orgánica comprende tres etapas. Se utilizó una alimentación de 200 g/L de H_2SO_4 . El consumo de ácido sulfúrico fue equivalente a 1246 kg/t de cinc. Las composiciones de la solución ácida antes y después de la separación, lo mismo que las composiciones de la fase orgánica después de la separación, se muestran en las tablas 10, 11, y 12, respectivamente.

Tabla 10:

Tabla 10: Composición de la alimentación de separación, en mg/L

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg/L										Ácido libre g/L
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	S(t)	
promedio/Total (lixiviación oxidante No. 3)	1	1	0,7	72	0,2	0,2	1	78	692	61846	204

Tabla 11:

Tabla 11: Composición del producto de separación, mg/L

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg/L									Ácido libre g/L
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	
promedio/Total (lixiviación oxidante No. 3)	1	43	8,7	60	2,5	0,2	13820	82	582	193

Tabla 12:

Tabla 12: Composición de la fase orgánica de la separación, mg/L

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg/L								
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na
promedio/Total (lixiviación oxidante No. 3)	2	1,5	203	4,0	0,4	0	3	18	10,0

Después de la extracción con solvente, la solución que contiene cobalto (es decir, el refinado) fue purificado del níquel mediante intercambio iónico.

Remoción de níquel mediante intercambio iónico

El intercambio iónico fue usado para remover cualquier impureza de níquel del licor de cobalto antes de la recuperación electrolítica. El circuito comprende cinco columnas, cuatro de las cuales se usan para extracción, y una para elusión.

La alimentación inicial al circuito de intercambio iónico del níquel era un licor con un contenido de níquel de 85 mg/L. Durante la carga, el rompimiento ocurrió en la columna 1 dentro de las dos primeras horas, y después de 24 horas de operación, en la cual la concentración del licor de descarga de la cuarta columna de extracción era de 0,5 mg/L de níquel, el efluente de la columna 1 contenía aproximadamente 40 mg/L de níquel.

Precipitación y lixiviación del carbonato de cobalto

Las alimentaciones para la precipitación del carbonato de cobalto son el licor de descarga del intercambio iónico de níquel (cuando se usa) ó el refinado de cinc por extracción con solvente después de haber pasado por columnas de carbón para remover el Na_2CO_3 orgánico y anhidroso impregnado. La precipitación ocurre a 35°C a un pH de 8,0 durante 30 minutos. La proporción de carbonato de sodio agregada fue de 1,64 moles por mol de cobalto, o 2,987 kg/kg de cobalto. Aproximadamente 99% del cobalto se precipitó. La composición del precipitado de cobalto CoCO_3 (Alimentación de lixiviación H_2SO_4) se especifica en la tabla 13.

Tabla 13:

Tabla 13: Composición del precipitado de cobalto CoCO_3 .

Composición CoCos									
Co	Ni	Na	Mg	Mn	Zn	Fe	Cu	S(t)	Ca
47,8	0,02	2,4	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,79	0,02

Después de filtrado, el precipitado is lixiviado con ácido sulfúrico, a temperatura ambiente (25°C) y pH 3,0, durante 30 minutos, formando una solución con 70 g/L de Co. La composición del licor de descarga lixiviado se da en la tabla 14.

Tabla 14:

Tabla 14: Composición del licor de carbonato de cobalto por lixiviación ácida, en mg/L

Concentraciones del licor de carbonato de cobalto por lixiviación ácida, en mg/L									
Co	Ni	Na	Mg	Mn	Zn	Fe	Cr	Ca	pH
75599	11,1	21453	10,6	4,9	3,9	0	10,5	29,5	3

Recuperación electrolítica del cobalto

La solución concentrada de cobalto fue alimentada en una celda electrolítica a una densidad actual de 350 A/m². La velocidad de alimentación fue de 2 mL/min. El pH fue ajustado en 3,0 con la adición de una solución de hidróxido de sodio al 2M, y la temperatura fue mantenida en 60°C. El tiempo de residencia en esta operación fue de cinco días, al final de los cuales se produjo un cátodo de cobalto grado 1 con una pureza del cobalto de hasta 99,96% y 5 mg/kg de Ni. Una comparación entre la composición del cátodo producido en el ensayo descrito y las especificaciones definidas para el cátodo de cobalto GRADO 1 se da en la tabla 15. Estos valores muestran que las impurezas en el cátodo producido están dentro de los límites de la especificación para el GRADO 1.

Tabla 15:

Tabla 15: Composición del cátodo de cobalto de cinco días

Identifi cación	Masa kg	Composición													
		%Co	ppm												
Especif icación del cátodo Grado 1 de 5 días			Cu	Ni	Fe	Zn	Mn	Mg	Ca	Al	S	As	Na	Cr	Si
	0.293	99.961	4 40	5 3500	20 100	29 55	1 10	2 10	10 —	8 50	25 40	20 10	14 5 —	11 6 —	10 25

Aunque una secuencia metodológica preferida ha sido descrita e ilustrada, debe notarse que son posibles modificaciones viables sin salirse del alcance de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, caracterizado porque comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoníaco de la pulpa sulfurada (sólidos y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en el cátodo de cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor D₂EPHA diluido en el solvente Escaid 110 o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto; (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrólisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente sobre placas insolubles de acero

inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

2. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho que el agente de precipitación de sulfuro (b) es hidrosulfuro de sodio (NaHS) en una cantidad estequiométrica de base para el cobalto y el cinc contenidos en la solución, usando un exceso de 1,5 veces la dosificación estequiométrica para el cobalto y el cinc en la solución.

3. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por el hecho que la temperatura de precipitación se mantiene entre 40°C y 55°C, y más preferiblemente 45°C.

4. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3, caracterizado por el hecho que todo el amoníaco presente en la pulpa sulfurada (sólidos y líquido) es removida (c) por medio de inyección de vapor, incrementando la temperatura de la pulpa a preferiblemente entre 95°C y 110°C y más preferiblemente a 100°C.

5. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por el hecho que la

remoción de amoniaco (c) se lleva a cabo en una columna u otro sistema diseñado para tal propósito, con la separación subsiguiente de sólidos y líquido de la pulpa (c1) que se forman por medio de filtros o espesantes, y más particularmente espesantes. Los sólidos son entonces filtrados (c2).

6. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por el hecho que la filtración de los sólidos en la pulpa en un sistema de filtración se lleva a cabo sin remover el amoniaco, y un agente de floculación es usado para ayudar a la decantación de los sólidos.

7. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por el hecho que la filtración de los sólidos en la pulpa en un sistema de filtración ocurre con la remoción del amoniaco y alguna redisolución de cobalto, y un agente de precipitación de sulfuro es agregado al sistema de remoción de amoniaco usado a lo largo de este proceso.

8. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 4, caracterizado por el hecho que el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d) en un

sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión.

9. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que El sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d), en un sistema apropiado del tipo que comprende agitadores hechos de o recubiertos con material resistente a la corrosión.

10. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 ó 9, caracterizado por el hecho que el sólido sometido a lixiviación con ácido sulfúrico bajo presión atmosférica tiene su temperatura mantenida entre 80°C y 90°C, y más preferiblemente a 85°C, durante tal tiempo para permitir la recuperación de un mínimo de 90% de masa de cobalto presente en los sólidos. Se agrega oxígeno al sistema, durante el periodo de lixiviación, a una velocidad de flujo entre 5 y 25 L/h, y más preferiblemente entre 10 y 20 L/h, y más preferiblemente 15 L/h. La fuente de oxígeno puede ser oxígeno industrial de cualquier pureza o aire.

11. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 ó 9 ó 10, caracterizado por el hecho que la pulpa de esta etapa de lixiviación es entonces

filtrada (d2), y los sólidos residuales no lixiviados recolectados en el sistema de filtración son reciclados para la recuperación (d3) del cobalto residual, o pueden ser desechados o usados en alguna otra parte del proceso. El filtrado, es decir, la solución del sistema de filtración (d2), que contiene cobalto (e impurezas) es enfriado (d4) en un intercambiador de calor u otro equipo usado para tal propósito, antes de la remoción del cinc de la solución.

12. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 ó 9 ó 10 u 11, caracterizado por el hecho que durante la etapa de lixiviación (d) la pulpa lixiviada es monitoreada en cuanto a sus características y, si es necesario, una corrección de su viscosidad es aplicada mediante agregar un líquido (d5), que puede ser agua, al sistema de lixiviación.

13. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que en la etapa de extracción de solvente (e), el pH es mantenido dentro del rango entre 1,4 y 1,8 y más preferiblemente en 1,6, mediante la adición de una base (e1), más preferiblemente hidróxido de sodio, con el cinc transferido desde la solución acuosa hasta el extractor. El proceso ocurre en un medio acuoso continuo con una proporción orgánico/acuoso entre 1,00 y 2,11 y más preferiblemente de 2,00. La continuidad acuosa (proporción orgánico/acuoso de

aproximadamente 1,1) es lograda por medio de ciclos internos (e2) dentro de cada una de las etapas de extracción empleadas.

14. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 13, caracterizado por el hecho que la temperatura en esta etapa se mantiene entre 40°C y 60°C y más preferiblemente 50°C, mediante cualquier sistema apropiado para tal propósito. Para una proporción orgánico/acuoso de 1,00, la concentración de cobalto en el orgánico será mínima, mientras que la contaminación de cinc en el refinado del proceso de extracción será máxima.

15. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 13, caracterizado por el hecho que, debido a la carga más baja de cinc en el orgánico, la pérdida de cobalto en el orgánico será mayor, mientras que la contaminación de cinc en el refinado será mínima.

16. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que en la etapa de extracción con solvente (e), el refinado es purificado de su contenido orgánico impregnado en cualquier sistema apropiado para tal propósito, tal como columnas de carbón.

17. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que el sistema de intercambio iónico para la remoción del níquel (f) contienen una resina capaz de llevar a cabo este proceso, y especialmente la resina Dowex M 4195. La concentración de níquel en solución no debe exceder 70 mg/L.

18. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que durante la precipitación del carbonato de cobalto (g), la temperatura de precipitación es mantenida entre 28°C y 45°C y más preferiblemente en 35°C. El carbonato de sodio se dosifica para elevar el pH de la solución entre 7,0 y 9,0, más preferiblemente a 8,0.

19. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto es filtrado (gl) en un sistema de filtración apropiado, preferiblemente uno que incluya una etapa de lavado, para asegurar que cualquier ó todo exceso de carbonato de sodio sea lavado del sólido producido.

20. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18 ó 19, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto producido es sometido a

lixiviación (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión.

21. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18 ó 19, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto producido es sometido a lixiviación (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende agitadores hechos también de o recubiertos con material resistente a la corrosión.

22. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18 ó 19 ó 20 ó 21, caracterizado por el hecho que la lixiviación se lleva a cabo usando un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente el anolito de la electrólisis del cobalto. El producto resultante es el electrolito fuerte, concentrado en cobalto, cuya concentración de este elemento en solución es no menos de 40 g/L, preferiblemente entre 40 y 80 g/L, y más preferiblemente 70 g/L de cobalto, para la alimentación de la electrólisis.

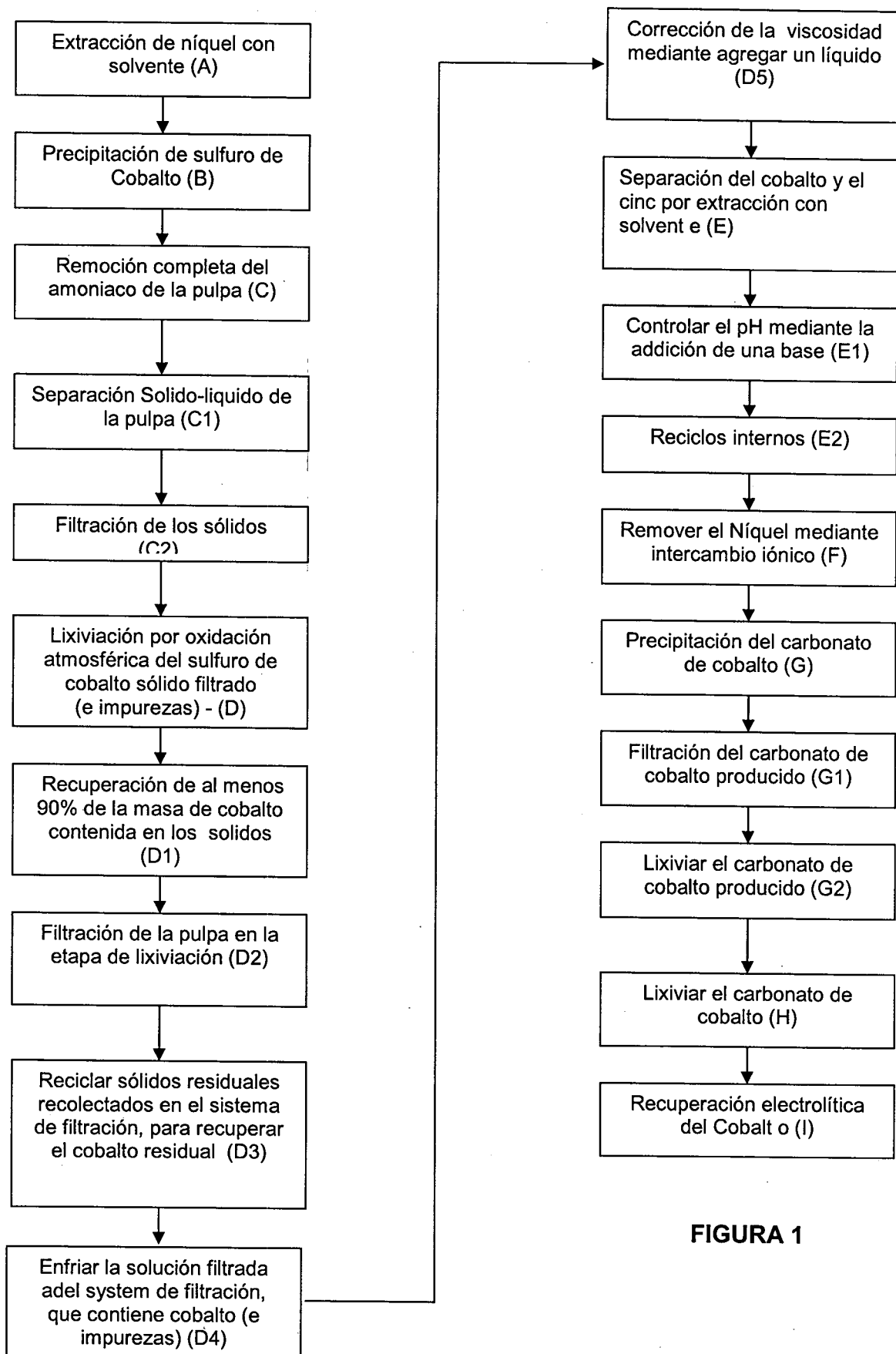


FIGURA 1

RESUMEN

Un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, dicho método comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoníaco de la pulpa sulfurada (sólidos y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en el cátodo de cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor D₂EPHA diluido en el solvente Escaid 110 o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto; (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrólisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente sobre placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

Texto original con modificaciones marcadas

MÉTODO PARA LA PRODUCCIÓN DE COBALTO METÁLICO A PARTIR DE REFINADO DE NIQUEL POR EXTRACCIÓN CON SOLVENTE

El presente informe se relaciona con un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, y más específicamente, a partir de refinado por extracción con solvente en refinerías en donde hidróxidos de níquel y cobalto mezclados son sometidos a lixiviado con amoníaco.

Como es bien conocido por aquellos versados en la técnica, se han desarrollado técnicas para la recuperación del cobalto por precipitación directa de carbonato de cobalto en una columna para la remoción total (desactivado) del amoníaco de la solución. Dichas técnicas, sin embargo, permanecen inviables técnica y económicamente.

Una de las desventajas anteriormente mencionadas es el hecho que, sin agregar reactivo al refinado antes de desactivar el amoníaco, solo una pequeña cantidad de cobalto se precipita en la solución, lo que hace que la técnica de recuperación sea de baja rentabilidad.

Una desventaja contraparte surge de incrementar el consumo de reactivo a dicho proceso de refinación, lo que consecuentemente incrementa la recuperación del cobalto

mediante dicha técnica. El alto consumo de reactivos hace que el proyecto sea económicamente inviable.

Por lo tanto, uno de los objetivos de la presente invención es suministrar un método para la producción de cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente de modo que se logre una eficiencia significativa en el recuperación de cobalto sin un incremento significativo en los costos.

Otro objetivo de la presente invención es suministrar un método para la producción de cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente que comprende una secuencia operacional que es viable tanto técnica como económicamente.

Como es conocido, de acuerdo con la técnica convencional, existen cuatro tipos de procesos o rutas para el tratamiento de mineral de níquel, en particular, producción de mata de níquel (pirometalúrgico), producción de ferroníquel (pirometalúrgico), reducción amoniaca por lixiviado (pirometalúrgico/hidrometalúrgico), y lixiviación ácida bajo presión (hidrometalúrgico).

Con respecto a las rutas mencionadas, la primera es aplicable a minerales que tiene níquel asociado con azufre, y en este proceso, se hace uso de la energía calorífica de los minerales presentes en la etapa de fundición.

Los otros tres procesos son usados en donde el metal de níquel está asociado con oxígeno (mineral oxidado o laterítico), la escogencia del proceso a utilizar depende de la composición del mineral que va a ser tratado.

El proceso de producción de ferroníquel es usado con minerales con alto grado de magnesio con una proporción Mg/Si tal que la ganga producida por el proceso tenga una fluidez suficiente para que fluya hacia fuera del horno eléctrico y no sea corrosiva de los materiales de revestimiento refractario del horno eléctrico. Típicamente, los minerales tratados mediante este proceso contienen grados menores de hierro que aquellos minerales tratados por los dos procesos anteriormente mencionados. Por otro lado, los grados de níquel son más altos.

En cuanto al proceso de lixiviado por reducción amoniacal, una combinación de técnicas pirometalúrgica e hidrometalúrgica se usa para separar el níquel y el cobalto del hierro contenido en los minerales normalmente tratados por este proceso. Sin embargo, por su alta selectividad en la etapa de lixiviación amoniacal, este proceso requiere un consumo mayor de energía mientras concurrentemente se logran recuperaciones menores de níquel y cobalto en comparación con la lixiviación ácida bajo presión.

En el proceso de lixiviación ácida bajo presión, como en el caso de lixiviación por reducción amoniacal, los minerales usados tienen contenidos bajos en níquel y contenidos altos en

hierro. En este proceso, prácticamente todos los minerales presentes se disuelven en solución ácida, y consecuentemente, las recuperaciones de níquel y cobalto son altas. También la selectividad respecto al hierro es alta, y ocurre predominantemente durante la etapa de lixiviación.

Por lo tanto, con respecto al proceso de lixiviación ácida bajo presión, se propuso una técnica para obtener el metal de cobalto lixiviado en su forma metálica. Después que el producto de lixiviación de la etapa de lixiviación ácida bajo presión ha sido tratado para remover las impurezas que han sido lixiviadas junto con el níquel y el cobalto, estos metales son precipitados desde la solución como hidróxidos, y este precipitado es lixiviado con amoniaco o carbonato de amonio; el níquel y el cobalto regresan a la forma líquida, formado complejos de níquel y cobalto con amoniaco en solución.

Este proceso tiene una alta selectividad con respecto al hierro, al manganeso y al magnesio. La separación de níquel y cobalto ocurre en una etapa de extracción por solvente, luego que el cobalto ha sido oxidado al estado trivalente (Co^{3+}) de modo que no sea coextraído con el níquel. En la etapa de extracción de la etapa de extracción por solvente, el níquel es extraído del licor inactivado de lixiviado amoniacal con un extractor orgánico, y subsiguientemente recuperado en la forma metálica por recuperación electrolítica, mientras el cobalto permanece en dicho licor (refinado).

El objetivo de la presente invención es recuperar el metal cobalto contenido en el licor amoniacal, es decir en el refinado de níquel por extracción con solvente, en su forma metálica.

Estos objetivos, lo mismo que otros objetivos y ventajas de la presente invención, se logran con un método para producir cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente, que comprende las siguientes etapas:

(a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoniaco de la pulpa sulfurada (sólido y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en la vecindad del cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor ácido di (2-
etilhexil)forfórico diluido en el solvente Escaid 110 o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto; (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la

electrólisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente en placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

La presente invención se describe de aquí en adelante con relación al dibujo adjunto, en el cual el único elemento representa un diagrama de bloques del método de producción de cobalto metálico desde el refinado de níquel por extracción con solvente.

De acuerdo con dicho dibujo, el refinado de la etapa (a) de extracción de níquel por solvente es utilizado para la producción de cobalto. Un agente de precipitación de sulfuro, preferiblemente hidrosulfuro de sodio (NaHS), es agregado a este refinado (b), usando una cantidad estequiométrica de base para el cobalto y el cinc contenidos en la solución y más preferiblemente un exceso de 1,5 veces la dosis estequiométrica para el cobalto y el cinc en la solución, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc. La temperatura de la precipitación debe mantenerse en rango entre 40°C a 55°C y más preferiblemente a 45°C . Después de la precipitación del sulfuro de cobalto (e impurezas), todo el amoníaco presente en la pulpa sulfurada (sólidos y líquidos) es removido (c), preferiblemente mediante inyección de vapor para incrementar la temperatura de la pulpa a preferiblemente entre 95°C y 110°C y más preferiblemente a 100°C . El equipo

para remover el amoniaco puede ser una columna o cualquier otro sistema diseñado para tal propósito. Después de remover el amoniaco, se lleva a cabo la separación de sólidos y líquidos de la pulpa (c1) en filtros o espesantes y más preferiblemente en espesantes. Entonces los sólidos son filtrados (c2).

Alternativamente a este método propuesto, los sólidos en la pulpa pueden ser filtrados en un sistema de filtración, sin remover el amoniaco por la técnica anteriormente descrita. En este caso, un agente de floculación es usado para ayudar a la decantación de los sólidos en un equipo adecuado para estos propósitos, tal como un espesante, un clarificador, u otro.

El uso de esta técnica, sin embargo, puede llevar a un consumo más alto de reactivo, y más específicamente un ácido, en la etapa subsiguiente del proceso. Por otro lado, cuando el amoniaco es removido de la pulpa que contiene los sólidos sulfurados por la técnica descrita antes, el comportamiento del filtrado del agente de filtrado se mejora.

Cuando el amoniaco es removido de la pulpa, alguna redisolución de cobalto puede ocurrir durante el proceso de remoción. En este caso, un agente de precipitación de sulfuro puede ser agregado al sistema de remoción de amoniaco usado, durante este proceso.

El sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d), la cual

se lleva a cabo en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión que puede ocurrir durante el proceso, o también, en un sistema que comprende el uso de agitadores hechos también de o recubiertos con material resistente a la corrosión. Así, el sólido es lixiviado con ácido sulfúrico a presión atmosférica con la temperatura mantenida entre 80°C y 90°C, y más preferiblemente a 85°C, durante tal tiempo para permitir la recuperación de un mínimo de 90% de masa de cobalto presente en los sólidos. (d1) Se agrega oxígeno al sistema durante el periodo de lixiviación a una velocidad de flujo entre 5 y 25 L/h, y más preferiblemente entre 10 y 20 L/h, y más preferiblemente 15 L/h. La fuente de oxígeno puede ser oxígeno industrial de cualquier pureza o aire. La pulpa de esta etapa de lixiviación es entonces filtrada (d2) en un sistema de filtración. Los sólidos residuales no lixiviados recolectados en el sistema de filtración pueden ser reciclados para la recuperación (d3) del cobalto residual, o pueden ser desechados o usados en alguna otra parte del proceso. El filtrado (es decir, la solución del sistema de filtración) que contiene cobalto (e impurezas) es enfriado (d4) en un intercambiador de calor u otro equipo usado para tal propósito, antes de la remoción del cinc de la solución. Debido al calentamiento de la pulpa, puede ocurrir evaporación de líquido durante el proceso de lixiviación, lo que puede llevar a un incremento en su viscosidad. En tal caso, la dispersión del oxígeno agregado a la pulpa puede ser

amarrado, y como consecuencia puede haber una disminución en la recuperación de cobalto en este proceso.

Así, durante este proceso, la pulpa lixiviada es monitoreada en cuanto a sus características y, si es necesario, una corrección de su viscosidad es aplicada mediante agregar un liquido (d5), que puede ser agua, al sistema de lixiviación. De esta manera, la dispersión de oxígeno en la pulpa no se afectará.

La remoción del cinc de la solución se requiere, para reducir a un mínimo la concentración de cinc en los alrededores del cobalto, ya que en el producto final la concentración de este elemento en solución se estima que se incrementa 25 veces.

La separación del cinc y el cobalto contenidos en la solución, después de la lixiviación atmosférica y filtración, se lleva a cabo mediante extracción por solvente (e), usando el extractor ácido-di (2-etilhexil)fosfórico diluido en solvente de hidrocarburos desaromatizados u otro solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprende al número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas aplicadas.

En la etapa de extracción, el pH es controlado de modo que esté en el rango entre 1,4 y 1,8 y más preferiblemente en 1,6, mediante la adición de una base (e1), más preferiblemente hidróxido de sodio. El cinc es transferido

desde la solución acuosa hasta el extractor. El proceso ocurre en un medio acuoso continuo con una proporción orgánico/acuoso entre 1,00 y 2,11 y más preferiblemente de 2,00. La continuidad acuosa (proporción orgánico/acuoso de aproximadamente 1,1) es lograda por medio de reciclos internos (e2) dentro de cada una de las etapas de extracción empleadas.

La temperatura de este proceso debe mantenerse entre 40°C y 60°C y más preferiblemente 50°C, mediante cualquier sistema apropiado para tal propósito. Debería notarse que para una proporción orgánico/acuoso de 1,00, la concentración de cobalto en el orgánico será mínima.

Por otro lado, la contaminación de cinc en el refinado del proceso de extracción será máxima. En el otro extremo, tal condición es revertida: debido a la carga más baja de cinc en el orgánico, la pérdida de cobalto en el orgánico será mayor, y la contaminación de cinc en el refinado será mínima.

Si es necesario, el refinado (es decir, la solución libre de cinc) de la etapa de extracción es purificado de su contenido orgánico impregnado en cualquier sistema apropiado para tal propósito, tal como columnas de carbón.

Dependiendo de la concentración de níquel en la solución de cobalto, la purificación de níquel puede llevarse a cabo en un sistema apropiado para tal propósito, tal como, por ejemplo, columnas de intercambio iónico para la remoción del

níquel (f) que contienen una resina capaz de llevar a cabo este proceso, y especialmente la resina quelante M 4195. La concentración de níquel en solución no debe exceder 70 mg/L.

Después de los procesos de purificación descritos aquí arriba, la solución de cobalto será purificada con respecto a la mayoría de impurezas, pero puede contener una alta concentración de sodio, debido al ajuste del pH en la etapa de extracción del cinc por solvente (e), donde se usó hidróxido de sodio (NaOH) para dicho ajuste. Por otro lado, la concentración de cobalto en esta solución es todavía muy baja para una recuperación electrolítica efectiva.

Con el propósito de remover el sodio de la solución e incrementar la concentración de cobalto, se agregó carbonato de sodio a la solución para precipitar carbonato de cobalto (g). La temperatura de precipitación es mantenida entre 28°C y 45°C y más preferiblemente en 35°C. El carbonato de sodio se dosifica para elevar el pH de la solución entre 7,0 y 9,0, más preferiblemente a 8,0. La recuperación de la masa de cobalto de la solución es no menos del 90%.

El carbonato de cobalto producido por la técnica descrita anteriormente es filtrada entonces (g1) en un sistema de filtración apropiado, preferiblemente uno que incluya una etapa de lavado, para asegurar que cualquier ó todo exceso de carbonato de sodio sea lavado del sólido producido.

El carbonato de cobalto producido es lixiviado (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión que puede ocurrir durante el proceso, o también, en un sistema que comprende el uso de agitadores hechos también de o recubiertos con material resistente a la corrosión. La lixiviación se lleva a cabo usando un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente el anolito de la electrólisis del cobalto. El producto resultante es el electrolito fuerte, concentrado en cobalto, cuya concentración de este elemento en solución es no menos de 40 g/L, preferiblemente entre 40 y 80 g/L, y más preferiblemente 70 g/L de cobalto, para la alimentación de la electrólisis.

Luego, el producto de la etapa de lixiviación del carbonato de cobalto es filtrado (h) en cualquier sistema de filtración apropiado. Los sólidos recuperados en el proceso de filtración se vuelven a convertir en pulpa con agua desmineralizada y son regresados al sistema de lixiviación del carbonato de cobalto.

Una etapa de recuperación electrolítica del cobalto (i) se lleva a cabo para recuperar el cobalto metálico de la solución.

La electrólisis se lleva a cabo en un sistema de recuperación electrolítica en el cual los electrodos son placas insolubles hechas de aleación de plomo, calcio y estaño. En las celdas, los ánodos están envueltos en bolsas de membrana para impedir

la migración de iones de hidrógeno al cátodo. De esta manera, las soluciones del anolito y del catolito son procesadas por separado.

Donde el anolito es usado para la disolución del carbonato de calcio, el carbonato de calcio es filtrado en un sistema de filtrado apropiado y dirigido a la etapa de lixiviación del carbonato de calcio. Después de lixiviar, es pasado por un sistema intercambiador de calor para controlar su temperatura entre 55°C y 70°C y más preferiblemente a 65°C, y es regresado al tanque de alimentación del recuperador electrolítico, el cual puede ser un tanque cargado con cobalto (electrolito fuerte).

El catolito, que es procesado separadamente del anolito, es regresado al sistema de alimentación del recuperador electrolítico, en donde se mezcla con el electrolito fuerte del lixiviado ácido de carbonato de cobalto. Después del mezclado, la concentración de cobalto en el electrolito es no menos de 40 g/L. El electrolito es dosificado con base o ácido, más preferiblemente con soda cáustica o ácido sulfúrico, para ajustar el pH dentro del rango entre 3,6 a 2,7. Durante la operación, las características del producto formado son observadas, y el ajuste del pH se lleva a cabo de acuerdo a esto. En este sistema de alimentación del recuperador electrolítico, se puede agregar hidróxido de bario para remover cualquier plomo de la solución, que pueda haberse disuelto del ánodo y haya contaminado la solución.

El cobalto metálico es depositado en la forma de discos sobre placas insolubles hechas de acero inoxidable durante el tiempo requerido para producir los cátodos, más preferiblemente durante 5 días. La placa de acero inoxidable sobre la cual se deposita el cobalto puede, o no, tener un molde hecho del material especificado, tal como una resina, resistente al ácido, para dar la forma de discos a los cátodos de cobalto (j).

Ejemplo de la invención

El siguiente ejemplo ilustra la utilidad del proceso en cuestión. El refinado de níquel por extracción con solvente tiene la siguiente composición (mg/L):

Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)
6	1731	0	24	0	1	736	8	1902	0	4454

Después de agregar NaHS (1,5 veces la dosificación estequiométrica), ocurre la precipitación de sulfuro de cobalto, y el licor presenta la siguiente composición (mg/l):

Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)
0	13	0	31	0	0	1	12	1580	0	5002

La eficiencia de la precipitación fue la siguiente:

Eficiencia de la	Co	Zn	Ni
------------------	----	----	----

Precipitación (%)	98.9	99.9	93.2
-------------------	------	------	------

El precipitado producido fue sometido a una etapa de remoción (desactivación) de todo el amoniaco presente.

La composición química del precipitado producido fue:

Precipitado	Co	Ni	Mn	Fe	Zn	S(total)
(%)	28,00	0,04	0,01	0,01	12,36	33,18

La pulpa que contiene el precipitado de cobalto es filtrada. El sulfuro de cobalto fue sometido a un periodo de doce horas de lixiviación oxidante atmosférica, después de lo cual las siguientes eficiencias de extracción (lixiviación) fueron obtenidas:

Disolución	Co	Ni	Mg	Mn	Zn
(%)	99.996	99.998	99.992	99.984	99.999

El ensayo de la refinación de cobalto, descrita adelante, incluye la precipitación del cobalto, relixiviación ácida, extracción del cinc por solvente, intercambio iónico del níquel, y recuperación electrolítica del cobalto (electrólisis).

La alimentación al circuito de cobalto es una solución acuosa que contiene cobalto, llamada refinado de níquel. Dicha

solución es un producto intermedio desde la parte aguas abajo del proceso.

Precipitación de sulfuro de cobalto

La precipitación se llevó a cabo en tanques de 250 L que fueron alimentados con refinado de níquel con la composición dada en la tabla 1, y con 1,5 veces la cantidad estequiométrica de NaHS para Zn y Co. La operación se llevó a cabo a 50°C durante 30 minutos, y el producto final obtenido fue un precipitado mezclado de sulfuros de cobalto y cinc. Dicho tiempo de residencia establecido para los tanques es suficiente para la precipitación del 99,7% del cobalto, 99,4% del cinc, y 99,9% de níquel. Dichos valores pueden ser confirmados al analizar la composición del licor de descarga de precipitación, mostrada en la tabla 2:

Tabla 1:
Tabla 1: Composición del refinado de níquel:

Tanda No. 10	Concentración, mg/L											Volumen del licor (L)
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)	
	6	1758	0	26	0	2	734	10	34	0	4896	

Tabla 2:
Tabla 2: Composición de la precipitación del licor de descarga (CoS):

Tanda	Concentración, Mg/L	%	0.6
-------	---------------------	---	-----

No. 10	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)	Sólidos p/p	
	0	4	0	27	0	0	4	13	1679	0	6694	Volumen del licor (L)	256

El precipitado fue entonces alimentado a una contra corriente de columna para flujo de vapor, para la remoción completa del amoniaco libre antes de las etapas de decantación y filtración, la temperatura del vapor de alimentación era de 100°C. Durante esta operación, aproximadamente 2,3% de disolución de cobalto ocurrió, y las cantidades de amoniaco en la descarga fueron de menos de 0,5 ppm. Los valores de alimentación, descarga, y porcentaje de disolución de metales durante la separación de vapor se dan en la tabla 3. Los productos de las pastas del precipitado de NaHS y el separado NaHS/NH3 fueron bombeadas a los decantadores y mantenidas a aproximadamente 50°C. Después de la floculación, la cual se llevó a cabo con la adición de 350 g/t de Magnafloc 919, los sólidos fueron filtrados, lavados con agua desmineralizada, y mantenidos alimentados al lixiviado de sulfuro de cobalto.

Tabla 3:

Tabla 3: Disolución de metales durante la separación de vapor completa del producto precipitado de NaHS:

Actual	Ni mg/L	Co mg/L	Fe mg/L	Mg mg/L	Mn mg/L	Cu mg/L	Zn mg/L	Ca mg/L	NH ₃ mg/L
Alimentación promedio	0,4	7,5	0,6	25	0,1	0 1	1,0	12	10,1
Descarga promedio	0,7	44	1,2	51	0,5	0,2	0,7	15	0,3
% de disolución	11,2	2,3	54,2	97,1	53,4	25,3	-0,1	53,0	-

Lixiviación de sulfuro de cobalto

La lixiviación oxidante se llevó a cabo en una vasiija de polipropileno de 60 L, con inyección directa de vapor para impedir la corrosión. La temperatura se mantuvo en 85°C por medio de una camisa de agua calentada.

Las condiciones óptimas de lixiviación para 36 L de volumen de pulpa a 85°C fueron las siguientes: velocidad de oxígeno 10 L/min, porcentaje de sólidos en la pulpa de sulfuro de cobalto 10% (p/p), adición de 303 kg/t de ácido sulfúrico al 98%, pH controlado a 1,5 y tiempo de residencia 20 horas.

La velocidad de lixiviación para el precipitado de sulfuro de cobalto fue baja, requiriendo por lo menos 12 horas para lograr el 99% de disolución del cobalto. En contraste, la disolución del cinc fue más rápida (3 o 4 horas).

El producto lixivado fue filtrado, luego el ponqué fue sometido a relxivación con ácido sulfúrico para una mayor recuperación del cobalto. La relación entre la composición de la alimentación de CoS y aquella del residuo de lixiviación se da en la tabla 4.

Tabla 4:

Tabla 4: Composiciones de la alimentación y del residuo a partir de la lixiviación del sulfuro de cobalto:

Alimentación para la lixiviación de CoS No.3	28	0,04	0,01	0,01	12,36	33,18
Residuo de la lixiviación No. 3	1,31	0,00	0,000	0,00	0,03	89,80

Las extracciones de Zn y Co son mayores a 99%.

Tabla 5:

Tabla 5: Composición del licor de lixiviación:

Composición del licor de lixiviación	
Elemento	g/L
Co	26,71
Zn	12,25
Fe	0,014
Cr	0,004

La solución que contiene cobalto fue tratada en una etapa de extracción con solvente para separar el cobalto del cinc.

El circuito de extracción con solvente comprende 4 etapas de extracción, 2 etapas de lavado, y 3 etapas de reextracción (desactivado). La temperatura en las 4 etapas de extracción fue mantenida en 50°C.

Extracción de cinc con solvente

El circuito de extracción de cinc con solvente se llevó a cabo en 4 etapas de extracción, las alimentaciones en estas

etapas eran la solución del lixiviado por oxidación del sulfuro de cobalto y el componente orgánico. La temperatura fue mantenida en 50°C, y la proporción orgánico/acuoso en el circuito de separación se mantuvo aproximadamente en 2:1 de modo que se minimiza la contaminación por cinc en el refinado de extracción. El extractor orgánico utilizado fue D₂EHPA, diluido al 30% v/v usando Esquiad 110. Las condiciones y niveles de la extracción de Zn y Co se dan en la tabla 6, para las condiciones del proceso según se definieron para esta etapa.

Tabla 6: Perfiles de extracción de Zn y Co

Perfil de extracción	Avance Orgánico/acuoso	PLS pH	extracción E1 pH	extracción E2 pH	extracción E3 pH	extracción E4 pH	extracción E1 Zn %	extracción E2 Zn %	extracción E3 Zn %	extracción E4 Zn %	extracción E1 Co %	extracción E2 Co %	extracción E3 Co %	extracción E4 Co %
Perfil 1	2,05	2,18	1,42	1,60	1,60	1,62	94,45	5,30	0,24	0,00	-0,90	-0,42	0,69	1,23
Perfil 2	2,11	2,21	1,60	1,66	1,64	1,65	94,81	5,03	0,15	0,00	-0,95	0,20	0,08	1,34

Las composiciones promedio de cinc en la fase acuosa y de cobalto en la fase orgánica junto con las etapas de extracción se muestran en la tabla 7 y 8 respectivamente.

Tabla 7:

Tabla 7: Composición promedio de refinado de cinc, mg/L

Extraction de cinc: composición de la fase acuosa (mg/L)	Perfil 1	Perfil 2
PLS	12500	12700
E1	694	659
E2	32	20
E3	1.0	1.5

E4 (refinado)	1.5	1.0
---------------	-----	-----

Tabla 8:

Tabla 8: Concentración promedio de cobalto en la fase orgánica, mg/L

Cobalt extraction: organic Composición de la fase (mg/L)	Profile 1	Profile 2
Desecho Orgánico	1	1
E4	166	179
E3	258	190
E2	202	216
Carga Orgánica	82	90

Lavado

La carga orgánica se pasó por dos etapas de lavado, con el pH mantenido en 1,4 y 1,3 respectivamente, y con adición de ácido de modo que se impide que el cobalto avance en la etapa de desactivación del cinc y también para recuperar el cobalto, el cual puede ser recirculado en la etapa de lixiviación del sulfuro de cobalto. Las composiciones de las fases acuosa y orgánica en las dos etapas, en mg/L, se muestran en la tabla 9.

Tabla 9:

Tabla 9: Composiciones acuosa y orgánica del depurado en mg/L

Composición, mg/L										
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	PH
Stage 1 Depuración del producto	19	2174	1	11	6	2	565	15	4127	1,44
Stage 2 Depuración del	56	3614	1	17	38	1	2281	62	4208	1,57

producto										
Stage 1 Depuración Orgánica	1	24	210	4	1	0	5640	21	10	-
Stage 2 Depuración Orgánica	1	8	213	4	2	0	13339	21	10	-

Desactivación del cinc

El circuito para remover el cinc contenido en la fase orgánica comprende tres etapas. Se utilizó una alimentación de 200 g/L de H₂SO₄. El consumo de ácido sulfúrico fue equivalente a 1246 kg/t de cinc. Las composiciones de la solución ácida antes y después de la separación, lo mismo que las composiciones de la fase orgánica después de la separación, se muestran en las tablas 10, 11, y 12, respectivamente.

Tabla 10:

Tabla 10: Composición de la alimentación de separación, en mg/L

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg/L										Ácido libre g/L
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	S(t)	
promedio/Total (lixiviación oxidante No. 3)	1	1	0,7	72	0,2	0,2	1	78	692	61846	204

Tabla 11:

Tabla 11: Composición del producto de separación, mg/L

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg/L									Ácido libre g/L
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	
promedio/Total (lixiviación oxidante No. 3)	1	43	8,7	60	2,5	0,2	13820	82	582	193

Tabla 12:

Tabla 12: Composición de la fase orgánica de la separación, mg/L

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg/L								
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na
promedio/Total (lixiviación oxidante No. 3)	2	1,5	203	4,0	0,4	0	3	18	10,0

Después de la extracción con solvente, la solución que contiene cobalto (es decir, el refinado) fue purificado del níquel mediante intercambio iónico.

Remoción de níquel mediante intercambio iónico

El intercambio iónico fue usado para remover cualquier impureza de níquel del licor de cobalto antes de la recuperación electrolítica. El circuito comprende cinco columnas, cuatro de las cuales se usar para extracción, y una para elusión.

La alimentación inicial al circuito de intercambio iónico del níquel era un licor con un contenido de níquel de 85 mg/L. Durante la carga, el rompimiento ocurrió en la columna 1

dentro de las dos primeras horas, y después de 24 horas de operación, en la cual la concentración del licor de descarga de la cuarta columna de extracción era de 0,5 mg/L de níquel, el efluente de la columna 1 contenía aproximadamente 40 mg/L de níquel.

Precipitación y lixiviación del carbonato de cobalto

Las alimentaciones para la precipitación del carbonato de cobalto son el licor de descarga del intercambio iónico de níquel (cuando se usa) ó el refinado de cinc por extracción con solvente después de haber pasado por columnas de carbón para remover el Na_2CO_3 orgánico y anhidroso impregnado. La precipitación ocurre a 35°C a un pH de 8,0 durante 30 minutos. La proporción de carbonato de sodio agregada fue de 1,64 moles por mol de cobalto, o 2,987 kg/kg de cobalto. Aproximadamente 99% del cobalto se precipitó. La composición del precipitado de cobalto CoCO_3 (Alimentación de lixiviación H_2SO_4) se especifica en la tabla 13.

Tabla 13:

Tabla 13: Composición del precipitado de cobalto CoCO_3 .

Composición CoCos									
Co	Ni	Na	Mg	Mn	Zn	Fe	Cu	S(t)	Ca
47,8	0,02	2,4	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,79	0,02

Después de filtrado, el precipitado is lixiviado con ácido sulfúrico, a temperatura ambiente (25°C) y pH 3,0, durante 30 minutos, formando una solución con 70 g/L de Co. La composición del licor de descarga lixiviado se da en la tabla 14.

Tabla 14:

Tabla 14: Composición del licor de carbonato de cobalto por lixiviación ácida, en mg/L

Concentraciones del licor de carbonato de cobalto por lixiviación ácida, en mg/L									
Co	Ni	Na	Mg	Mn	Zn	Fe	Cr	Ca	pH
75599	11,1	21453	10,6	4,9	3,9	0	10,5	29,5	3

Recuperación electrolítica del cobalto

La solución concentrada de cobalto fue alimentada en una celda electrolítica a una densidad actual de 350 A/m². La velocidad de alimentación fue de 2 mL/min. El pH fue ajustado en 3,0 con la adición de una solución de hidróxido de sodio al 2M, y la temperatura fue mantenida en 60°C. El tiempo de residencia en esta operación fue de cinco días, al final de los cuales se produjo un cátodo de cobalto grado 1 con una pureza del ccbalto de hasta 99,96% y 5 mg/kg de Ni. Una comparación entre la composición del cátodo producido en el ensayo descrito y las especificaciones definidas para el cátodo de cobalto GRADO 1 se da en la tabla 15. Estos valores

muestran que las impurezas en el cátodo producido están dentro de los límites de la especificación para el GRADO 1.

Tabla 15:

Tabla 15: Composición del cátodo de cobalto de cinco días

Identifi cación	Masa kg	Composición													
		%Co	ppm												
Espe cif icación del cátodo Grado 1 de 5 días			Cu	Ni	Fe	Zn	Mn	Mg	Ca	Al	S	As	Na	Cr	Si
	0.293	99.961	4 40	5 3500	20 100	29 55	1 10	2 10	10 —	8 50	25 40	20 10	14 5 —	11 6 —	10 25

Aunque una secuencia metodológica preferida ha sido descrita e ilustrada, debe notarse que son posibles modificaciones viables sin salirse del alcance de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, caracterizado porque comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoniaco de la pulpa sulfurada (sólidos y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en el cátodo de cobalto, mediante extracción por solvente con extractor ácido di- (2-etilhexil)fosfórico diluido en el solvente de hidrocarburos desaromatizados o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto;

(h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrólisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente sobre placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

2. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho que el agente de precipitación de sulfuro (b) es hidrosulfuro de sodio (NaHS) en una cantidad estequiométrica de base para el cobalto y el cinc contenidos en la solución, usando un exceso de 1,5 veces la dosificación estequiométrica para el cobalto y el cinc en la solución.

3. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por el hecho que la temperatura de precipitación se mantiene entre 40°C y 55°C, y más preferiblemente 45°C.

4. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3, caracterizado por el hecho que todo el amoníaco presente en la pulpa sulfurada (sólidos y líquido) es removida (c) por medio de inyección de vapor,

incrementando la temperatura de la pulpa a preferiblemente entre 95°C y 110°C y más preferiblemente a 100°C.

5. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por el hecho que la remoción de amoníaco (c) se lleva a cabo en una columna u otro sistema diseñado para tal propósito, con la separación subsiguiente de sólidos y líquido de la pulpa (c1) que se forman por medio de filtros o espesantes, y más particularmente espesantes. Los sólidos son entonces filtrados (c2).

6. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por el hecho que la filtración de los sólidos en la pulpa en un sistema de filtración se lleva a cabo sin remover el amoníaco, y un agente de floculación es usado para ayudar a la decantación de los sólidos.

7. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por el hecho que la filtración de los sólidos en la pulpa en un sistema de filtración ocurre con la remoción del amoníaco y alguna redisolución de cobalto, y un agente de precipitación de sulfuro es agregado al sistema de remoción de amoníaco usado a lo largo de este proceso.

8. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 4, caracterizado por el hecho que el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión.

9. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que El sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d), en un sistema apropiado del tipo que comprende agitadores hechos de o recubiertos con material resistente a la corrosión.

10. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 ó 9, caracterizado por el hecho que el sólido sometido a lixiviación con ácido sulfúrico bajo presión atmosférica tiene su temperatura mantenida entre 80°C y 90°C, y más preferiblemente a 85°C, durante tal tiempo para permitir la recuperación de un mínimo de 90% de masa de cobalto presente en los sólidos. Se agrega oxígeno al sistema, durante el periodo de lixiviación, a una velocidad de flujo entre 5 y 25 L/h, y más preferiblemente entre 10 y

20 L/h, y más preferiblemente 15 L/h. La fuente de oxígeno puede ser oxígeno industrial de cualquier pureza o aire.

11. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 ó 9 ó 10, caracterizado por el hecho que la pulpa de esta etapa de lixiviación es entonces filtrada (d2), y los sólidos residuales no lixivados recolectados en el sistema de filtración son reciclados para la recuperación (d3) del cobalto residual, o pueden ser desechados o usados en alguna otra parte del proceso. El filtrado, es decir, la solución del sistema de filtración (d2), que contiene cobalto (e impurezas) es enfriado (d4) en un intercambiador de calor u otro equipo usado para tal propósito, antes de la remoción del cinc de la solución.

12. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 ó 9 ó 10 u 11, caracterizado por el hecho que durante la etapa de lixiviación (d) la pulpa lixiviada es monitoreada en cuanto a sus características y, si es necesario, una corrección de su viscosidad es aplicada mediante agregar un líquido (d5), que puede ser agua, al sistema de lixiviación.

13. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que en la etapa de extracción de solvente (e), el pH es

mantenido dentro del rango entre 1,4 y 1,8 y más preferiblemente en 1,6, mediante la adición de una base (e1), más preferiblemente hidróxido de sodio, con el cinc transferido desde la solución acuosa hasta el extractor. El proceso ocurre en un medio acuoso continuo con una proporción orgánico/acuoso entre 1,00 y 2,11 y más preferiblemente de 2,00. La continuidad acuosa (proporción orgánico/acuoso de aproximadamente 1,1) es lograda por medio de recirclos internos (e2) dentro de cada una de las etapas de extracción empleadas.

14. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 13, caracterizado por el hecho que la temperatura en esta etapa se mantiene entre 40°C y 60°C y más preferiblemente 50°C, mediante cualquier sistema apropiado para tal propósito. Para una proporción orgánico/acuoso de 1,00, la concentración de cobalto en el orgánico será mínima, mientras que la contaminación de cinc en el refinado del proceso de extracción será máxima.

15. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 13, caracterizado por el hecho que, debido a la carga más baja de cinc en el orgánico, la pérdida de cobalto en el orgánico será mayor, mientras que la contaminación de cinc en el refinado será mínima.

16. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que en la etapa de extracción con solvente (e), el refinado es purificado de su contenido orgánico impregnado en cualquier sistema apropiado para tal propósito, tal como columnas de carbón.

17. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que el sistema de intercambio iónico para la remoción del níquel (f) contienen una resina capaz de llevar a cabo este proceso, y especialmente la resina **quelante** M 4195. La concentración de níquel en solución no debe exceder 70 mg/L.

18. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2 ó 3 ó 4, caracterizado por el hecho que durante la precipitación del carbonato de cobalto (g), la temperatura de precipitación es mantenida entre 28°C y 45°C y más preferiblemente en 35°C. El carbonato de sodio se dosifica para elevar el pH de la solución entre 7,0 y 9,0, más preferiblemente a 8,0.

19. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto es filtrado (gl) en un sistema de

filtración apropiado, preferiblemente uno que incluya una etapa de lavado, para asegurar que cualquier ó todo exceso de carbonato de sodio sea lavado del sólido producido.

20. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18 ó 19, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto producido es sometido a lixiviación (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión.

21. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18 ó 19, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto producido es sometido a lixiviación (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende agitadores hechos también de o recubiertos con material resistente a la corrosión.

22. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 ó 18 ó 19 ó 20 ó 21, caracterizado por el hecho que la lixiviación se lleva a cabo usando un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente el anolito de la electrólisis del cobalto. El producto resultante es el electrolito fuerte, concentrado en cobalto, cuya concentración de este elemento en solución es no menos de 40 g/L, preferiblemente entre 40 y 80 g/L, y más

preferiblemente 70 g/L de cobalto, para la alimentación de la electrólisis.

RESUMEN

Un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, dicho método comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoniaco de la pulpa sulfurada (sólidos y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo la concentración de cinc en el cátodo de cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor D₂EPHA diluido en el solvente Escaid 110 o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto;

(h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrólisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente sobre placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

TRATADO DE COOPERACION EN MATERIA DE PATENTES

De la

AUTORIDAD DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

PCT

5

OPINIÓN ESCRITA DE LA
AUTORIDAD INTERNACIONAL
DE BÚSQUEDA
(Regla PCT 43bis.1)

Para:
VEIRANO ADVOGADOS
Av. Das Naceos Unidas,
12.995 – 18 andar
04578-000 – Sao Paulo – SP
Brasil

Fecha de envío
8 de Mayo de 2008 (08/05/2008)
(día/mes/año)

Referencia del expediente del
solicitante o del agente
VAPE 325

PARA ACCION ADICIONAL
Ver parágrafo 2 abajo

Solicitud Internacional No.
PCT/BR2007/000280

Fecha de presentación
Internacional (Día/Mes/Año)
19 de Octubre de 2007
(19.10.2005)

Fecha de
Prioridad
(Día/Mes/Año)
27 de Octubre
de 2007
(21.10.2004)

Clasificación internacional de Patentes (IPC) o tanto la clasificación nacional como
la IPC
C22B 23/00 (2006.01); **C22B 3/00** (2006.01)

Solicitante
COMPANHIA VALE DO RIO DOCE

10

1. Este informe contiene indicaciones relacionadas con los siguientes
puntos:

☒	Caja No. I	Base del informe
☐	Caja No. II	Prioridad
☐	Caja No. III	Opinión no establecida con respecto a Novedad, Inventivo y Aplicación Industrial.
☐	Caja No. IV	Carece de unidad de invención
☒	Caja No. V	Afirmación razonada bajo el Artículo 35(2) con respecto a novedad, Nivel inventivo o aplicación industrial; citas y explicaciones que soportan tal afirmación
☐	Caja No. VI	Algunos documentos citados
☒	Caja No. VII	Algunos defectos en la solicitud internacional
☒	Caja No. VIII	Algunas observaciones sobre la solicitud internacional

2. ACCIÓN ADICIONAL

Si una solicitud de examen preliminar internacional se hace, esta opinión será considerada usualmente una opinión escrita de la Autoridad de Examen Preliminar Internacional ("IPEA"). Sin embargo, esto no aplica en el caso en que el solicitante escoja una Autoridad diferente a esta para ser la IPEA y la IPEA halla notificado a la Oficina Internacional bajo la regla 66.1bis(b) que las opiniones escritas de esta Autoridad de Búsqueda Internacional no serán tenidas en cuenta.

Si esta opinión, como ha sido emitida, es tomada en cuenta como la opinión escrita de la IPEA, se invita al solicitante a presentar ante la IPEA una

respuesta escrita junto con, cuando sea apropiado, las modificaciones, antes de la expiración del término de 3 meses desde la fecha de despacho de la forma PCT/ISA/220 o antes de la expiración de 22 meses desde la fecha de prioridad, lo que suceda más tarde.

Para opciones adicionales, ver la Forma PCT/ISA/220.

3. Para detalles adicionales, ver las notas de la Forma PCT/ISA/220.

Nombre y dirección de correo de la ISA/AT: Austrian Patent Office Dresdner Straße 87, A-1200 Vienna Fax: +43 / 1 / 534 24 / 535	Oficial que autoriza Noë, Veerle Teléfono No. +31 70 340 – 4181
---	---

Forma PCT/ISA/237 (Carátula) (Enero 2004)

5

10

15

OPINIÓN ESCRITA DE LA
AUTORIDAD DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud Internacional No.
PCT/US2005/03776

Continuación No. 1

Base de la opinión

1. Con respecto al **lenguaje**, esta opinión ha sido establecida sobre la base
5 de la solicitud internacional en el lenguaje en que fue
presentada.

Continuación No.V

10 **Afirmación razonada bajo la regla 43bis.1(a)(i) con respecto a la novedad,
nivel inventivo o aplicación industrial; citas y explicaciones que soportan
tal afirmación**

15 1. Afirmación

Novedad (N)	Reivindicaciones 1-22	Si
	Reivindicaciones	No
20 Nivel Inventivo (NI)	Reivindicaciones 1-22	Si
	Reivindicaciones	No
Aplicación industrial (AI)	Reivindicaciones 1-22	Si
	Reivindicaciones	No

25 2. Citas y explicaciones:

De acuerdo con la reivindicación 1, la presente solicitud se relaciona Un
30 método para producir cobalto metálico a partir de un
refinado de níquel por extracción con solvente, dicho
método comprende las siguientes etapas:
A: obtener el refinado de níquel por extracción con
solvente,
B: agregar un agente de precipitación de sulfuro, para
35 precipitar sulfuros de cobalto y de cinc,
C: remover todo el amoniaco de la pulpa resultante,
D: Filtrar el lodo y lixiviar el residuo,

- E: Separar el cinc mediante extracción por solvente usando D₂EPHA diluido en un solvente,
F: Remover el níquel remanente en la solución acuosa resultante mediante intercambio iónico,
5 G: precipitar el cobalto mediante agregar carbonato de cobalto,
H: lixiviar el carbonato de cobalto sólido con un ácido, preferiblemente H₂SO₄,
I: llevar a cabo la recuperación electrolítica del
10 cobalto metálico,
J: Asentar el cobalto sobre la superficie de placas hechas de acero inoxidable.

15

20

25 Forma (PCT/ISA237) (Abril 2005)

**OPINIÓN ESCRITA DE LA
Internacional No.**

Solicitud

30 **AUTORIDAD DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL PCT/BR2007/000280**

Los siguientes documentos son considerados relevantes para la evaluación de la novedad, el nivel inventivo y la aplicación industrial de la presente solicitud:

D1 US 3975497 A1
D2 US 4073860 A1
D3 US 2003/0223928 A1
D4 JP 55-041937 A
D5 US 5858061 A1
D6 WO 1996/020291 A1
D7 EP 0262964 A2
D8 GB 746780 A
D9 JP 02-057646 A

- 5 D1 describe un proceso para la separación selectiva de níquel y cobalto de soluciones amoniacaes. Dicho proceso se basa en el hecho de que los complejos de níquel que tienen más de 3 moléculas NH_3 como ligandos son más solubles en soluciones acuosas que el cobalto si se agrega un sulfuro, por ejemplo sulfuro de sodio. Luego, el sulfuro de cobalto precipita y puede ser separado del licor madre que contiene níquel.
- 10 D2 describe un proceso para la precipitación de sulfuros de níquel y/o cobalto a partir de soluciones ácidas. Dichos sulfuros son precipitados en soluciones acuosas a temperaturas entre 50 y cerca de 100°C y con un valor de pH entre 2,0 y 3,0. Se agrega sulfuro de hidrógeno como agente de precipitación, el valor del pH se mantiene constante mediante agregar bases, por ejemplo amoniaco ó
- 15 hidróxido de amonio. Los sulfuros resultantes tienen un tamaño de partícula grande y pueden separarse fácilmente mediante filtración.
- 20 D3 describe un proceso para la lixiviación de sulfuros de níquel y cobalto en una solución acuosa de sulfato de amonio. Los sulfuros son oxidados a sulfatos bajo presión elevada y a temperaturas entre 110 y 150°C , y luego el cobalto y el níquel son precipitados como hexamina sulfato de cobalto (III) y hexamina sulfato de níquel (II) respectivamente mediante la adición de amoniaco y enfriar. Finalmente, el sulfato de níquel puede ser lixiviado mediante una cantidad efectiva de agua mientras que la hexamina sulfato de cobalto (III) permanece en
- 25 un estado cristalino.
- D4 describe un método para la separación de cinc de soluciones que contienen principalmente cobalto y níquel. Para este propósito, la solución acuosa se pone en contacto con un solvente orgánico, por ejemplo queroseno que contiene

mono-2-etil-hexil ester de ácido 2-etilhexil fosfórico. El cinc es extraído selectivamente a un valor de pH entre 1,5 y 4,0 y a temperaturas cercanas a 70°C. Luego, el mismo solvente puede ser usado para la extracción selectiva del cobalto a partir de la solución remanente con valores de pH entre 3,5 y 7,0 a temperaturas entre 40 y 60°C.

D5 describe un proceso para la recuperación de metales a partir de baterías de níquel/hidruro de metal usadas. Las baterías desechadas son digeridas acídicamente; luego los metales de tierras raras son separados como sulfatos de la solución resultante y el hierro es precipitado como hidróxido mediante incrementar el valor del pH. Finalmente, entre otros el cinc es separado mediante someter la solución remanente a extracción de líquido/líquido con un solvente orgánico que consiste de i-tridecanol, un hidrocarburo alifático y ácido dietilhexil fosfórico como agente selectivo a valor de pH de 3,5. El cobalto y/o el níquel permanecen en la solución acuosa.

D6 describe un proceso para la recuperación de níquel y cobalto desde minerales de laterita. El proceso está basado en intercambio iónico de una solución de ácido sulfúrico de los metales mencionados en donde el níquel es quimioabsorbido sobre una resina que está basada en copolímeros de poliestireno macro porosos con, por ejemplo, derivados de picolilamina como grupos quelantes. El proceso se realiza con un valor de pH entre 0,3 y 6,0 y a una temperatura entre 40 y 80°C.

25 Forma PCT/ISA237 (continuación (2)) (Enero 2004)

OPINIÓN ESCRITA DE LA

Solicitud Internacional No.

AUTORIDAD DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

PCT/BR2007/000280

D7 describe un proceso para la precipitación de cobalto y/o níquel como carbonatos a partir de soluciones desactivadas lo que incluye también cobre y cinc. Inicialmente, el cobre y el cinc son precipitados como sulfuros a un valor de pH entre 3,0 y 5,0, finalmente el cobalto y/o el níquel son precipitados como carbonatos mediante agregar carbonato de sodio a temperaturas entre 30 y 80°C y a un valor de pH entre 6,0 y 9,0.

35

D8 describe un proceso para en tratamiento de soluciones acuosas que contienen sulfatos ó carbonatos de cobalto y níquel. La solución es mezclada con carbonato de amonio y calentada hasta > 140°C bajo presión elevada. Luego, el

carbonato de cobalto precipita y puede ser separado de la solución que contiene el níquel.

5 D9 describe un método para recuperar cobalto mediante medios electrolíticos. Un precipitado obtenido por el proceso de refinar electrolíticamente níquel y que contiene cobalto, níquel, cobre, hierro, etc., es disuelto en ácido clorhídrico. Luego, el cobre y el hierro son separados como sulfuro e hidróxido respectivamente. El cobalto remanente es extraído con un solvente orgánico para poder remover las trazas de níquel, por extracción inversa en agua caliente y
10 finalmente depositados electrolíticamente sobre un cátodo.

D1 a D9 representan el estado de la técnica.

15 Finalmente, debe decirse que todas las reivindicaciones tienen novedad, nivel inventivo y aplicación industrial.

Continuación No. VII Ciertos defectos en la solicitud internacional

20 Los siguientes defectos en la forma o los contenidos de la solicitud internacional han sido notados:

En general, las marcas registradas como "Escaid 110" (reivindicación 1) y "Dowex M 4195" (reivindicación 17) no son medios apropiados para la caracterización de un proceso. Aún si estas sustancias son bien conocidas para las personas
25 versadas en la materia, un proceso debe ser caracterizado por las propiedades químicas específicas de las sustancias necesariamente empleadas allí.

Continuación No. VIII Ciertas observaciones sobre la solicitud internacional

30

Se hacen las siguientes observaciones sobre la claridad de las reivindicaciones, la descripción, y los dibujos o sobre la cuestión de si las reivindicaciones están o no completamente soportadas por la descripción:

35 La reivindicación 6 es dependiente de las reivindicaciones 1 a 5 y "caracterizado por el hecho que la filtración ... se lleva a cabo sin remover el amoniaco ...". De acuerdo con la reivindicación 1, la "remoción del amoniaco" es un rasgo

obligatorio de modo que la reivindicación 6 no puede depender de la reivindicación 1.

La reivindicación 15 describe solamente un hecho o fenómeno lógico que no
5 aporta ningún detalle técnico adicional.

Forma PCT/ISA237 (continuación (3)) (Enero 2004)

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-052923- -00000-0000

Fecha: 2009-05-22 13:25:09 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 09 - 37,247
FECHA : MAYO 20 DE 2009

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
WOLF ABOGADOS ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	100146362	20/05/2009	2,782,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	540,000.00
		TOTAL :	\$ 540,000.00

SON: QUINIENTOS CUARENTA MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-052923-00000-0000

Fecha: 2009-05-22 13:25:09 Dep. 2020 NUECREACIONE
 Tra. 11 PATENTEIYII Eve. 378 FASENACIONALI
 Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 09 - 37,249
 FECHA : MAYO 20 DE 2009

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
WOLF ABOGADOS ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	100146362	20/05/2009	2,782,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	
		99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	175,000.00
		TOTAL :	\$ 175,000.00

SUN: CIENTO SETENTA Y CINCO MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-052923- -00000-0000

Fecha: 2009-05-22 13:25:09 Dep. 2020 NUECREACION
 Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
 Act. 411 PRESENTACION Folios: 88

rcio
CIA

REQUISITOS MÍNIMOS PARA ADMISIÓN A TRAMITE PCT

PATENTE DE INVENCION

[☒]

MODELO DE UTILIDAD []

- ◇ Indicación de que se solicita la concesión de una patente [☒]
- ◇ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud [☒]
- ◇ Descripción de la invención [☒]
- ◇ Dibujos de ser estos pertinentes [☒]
- ◇ Comprobante de pago de las tasas establecidas [☒]

COMPLETA [☒]

INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- ◇ Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial []
- ◇ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud []
- ◇ Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño []
- ◇ Comprobante de pago de las tasas establecidas []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

ESQUEMA DE TRAZADO []

- ◇ Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de Trazado []
- ◇ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud []
- ◇ Representación gráfica del esquema trazado []
- ◇ Comprobante de pago de las tasas establecidas []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

Edgar Naranjo

Firma Responsable

Fecha 22-05-09

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5,7y10'
 Conmutador: 3 82 0840
 Fax: 3505220
 E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
 Bogotá D.C. - Colombia

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
MÉNDEZ BERMÚDEZ JESÚS MARIA

REFERENCIA	Radicación No.	9 52923
	Solicitud internacional	PCT/BR2007/000280
	Fecha inicio fase nacional	27/05/2009
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	6916

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.

2. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante, conforme a lo establecido por el artículo 26 literal k) de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina. Cuando se trate de documentos otorgados en el extranjero, estos deberán legalizarse de conformidad con lo dispuesto por los artículos 259 y 260 del Código de Procedimiento Civil. Cuando se trate de las declaraciones a que hace referencia la Regla 4.17 ii) del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes PCT., el alcance de las tales declaraciones se determinará según indiquen claramente una cesión de derechos del inventor al solicitante o su causante, de conformidad con lo dispuesto en el numeral 5.2.15 del Capítulo Quinto, Título X de la Circular Única de Superintendencia de Industria y Comercio.

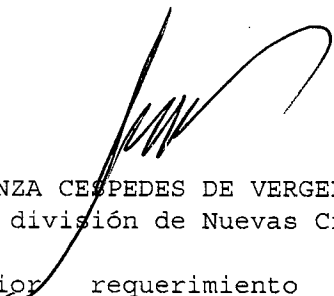
En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.

Continúa en la página siguiente...

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Radicación No.: 9 52923



ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha 19 JUN. 2009
jfernand'